

PAT-NO: JP02001302651A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001302651 A
TITLE: HYDROXYL GROUP-CONTAINING OXETANE COMPOUND
PUBN-DATE: October 31, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MATSUTANI, HIROSHI	N/A
SATO, KAZUYA	N/A
KATOGI, SHIGEKI	N/A
NISHIYAMA, SHINNO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HITACHI CHEM CO LTD	N/A

APPL-NO: JP2000132880

APPL-DATE: April 27, 2000

INT-CL (IPC): C07D305/06

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aliphatic or an alicyclic compound containing an oxetanyl group and a hydroxyl group in the molecule, capable of providing a low-viscosity resin composition having rapid curability and excellent adhesion.

SOLUTION: This aliphatic or an alicyclic compound containing an oxetanyl group and a hydroxyl group in the molecule is represented by general formula (1) or general formula (2) (Q is an oxygen or sulfur atom; R1 is a hydrogen atom, a 1-6C alkyl group, a 1-6C perfluoroalkyl group or an allyl group; p is an integer of 0-6; R2 is a bi- to hexafunctional aliphatic or

alicyclic organic group corresponding to the value of n; R3 is an aliphatic organic group which may be substituted with a bifunctional aliphatic or alicyclic organic group that contains an oxetanyl group and is capable of forming a ring; n is an integer of 2-6).

COPYRIGHT: (C) 2001, JPO

DERWENT-ACC-NO: 2002-246984

DERWENT-WEEK: 200301

COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: New hydroxyl-containing oxetane compounds for
use as
epoxy resin substitutes in adhesives and paints

PATENT-ASSIGNEE: HITACHI CHEM CO LTD [HITB]

PRIORITY-DATA: 2000JP-0132880 (April 27, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
<u>JP 2001302651 A</u>	October 31, 2001	N/A
011 C07D 305/06		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP2001302651A	N/A	2000JP-0132880
April 27, 2000		

INT-CL (IPC): C07D305/06

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2001302651A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Aliphatic or alicyclic compounds having two or more oxetanyl groups and one or more hydroxyl groups in a molecule, are new.

DETAILED DESCRIPTION - Aliphatic or alicyclic compounds, as represented by formulae (1) or (2), having two or more oxetanyl groups and one or more hydroxyl groups in a molecule are new.

Q = O or S;

R1 = H, 1-6C alkyl, 1-6C perfluoroalkyl or allyl;

p = integer of 0-6;

R2 = 2-6 (corresponding to n) valent aliphatic or alicyclic organic group;

n = integer of 2-6.

R3 = aliphatic organic group having oxetanyl, optionally substituted by bivalent aliphatic or alicyclic group; and

p = integer of 0-6.

USE - Hardened matters of the present compounds are used as alternatives to epoxy resins in adhesives and paints.

ADVANTAGE - The present aliphatic compounds are liquid at room temperature and are hardened at high speed under irradiation of light, inducing a chain transfer reaction of hydroxyl groups. The resulting hardened resin compositions excel in curing and adherence and have low viscosity.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/3

TITLE-TERMS: NEW HYDROXYL CONTAIN OXETANE COMPOUND EPOXY RESIN SUBSTITUTE

ADHESIVE PAINT

DERWENT-CLASS: A60 E13 G02 G03

CPI-CODES: A08-C01; A08-D01; A08-M05; A08-M06; E07-A03C; G02-A02G; G03-B02E2;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

F013 F017 F019 F100 F199 H4 H402 H482 H5 H582
H8 M210 M212 M240 M282 M311 M315 M321 M322 M332
M342 M344 M373 M383 M391 M392 M413 M510 M522 M530
M540 M710 M904 M905 Q110 Q331 Q332

Ring Index

00044

Specfic Compounds

A6HDUN

Chemical Indexing M3 *02*

Fragmentation Code

F013 F017 F019 F100 F199 H4 H402 H482 H5 H584
H8 M210 M212 M240 M282 M311 M312 M313 M321 M322
M332 M342 M343 M373 M383 M392 M393 M413 M510 M522

M530 M540 M710 M904 M905 Q110 Q331 Q332

Ring Index

00044

Specfic Compounds

A6HDTN

Chemical Indexing M3 *03*

Fragmentation Code

F011 F012 F013 F014 F015 F016 F017 F019 F100 F199
F580 G033 G035 G562 G563 H103 H182 H213 H4 H402
H403 H404 H405 H482 H483 H484 H5 H562 H581 H582
H583 H584 H589 H598 H599 H601 H608 H609 H681 H682
H683 H689 H721 H722 H723 H8 J012 J252 J272 J523
L660 L699 L910 L999 M210 M211 M212 M213 M214 M215
M216 M231 M232 M233 M240 M280 M281 M282 M283 M311
M312 M313 M314 M315 M316 M321 M322 M323 M331 M332
M333 M334 M340 M342 M343 M344 M353 M373 M383 M391
M392 M393 M413 M510 M522 M523 M530 M540 M541 M710
M904 M905 Q110 Q331 Q332

Ring Index

00044 00212

Markush Compounds

200058-19801-N

Chemical Indexing M3 *04*

Fragmentation Code

D010 D020 D040 F010 F013 F017 F019 F020 F021 F100
F199 H401 H421 H521 H592 H601 H681 H682 H683 H721
L650 L660 M126 M141 M142 M210 M211 M212 M213 M214
M215 M216 M231 M232 M233 M240 M280 M281 M311 M312
M313 M314 M315 M320 M321 M322 M331 M332 M333 M340
M342 M353 M373 M391 M412 M413 M510 M511 M521 M522
M530 M540 M710 M904 M905 Q110 Q331 Q332

Ring Index

00044

Markush Compounds

200058-19802-N

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2002-074128

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-302651

(P2001-302651A)

(43)公開日 平成13年10月31日 (2001.10.31)

(51)Int.Cl.
C 07 D 305/06

識別記号

P I
C 07 D 305/06

マーク (参考)
4 C 0 4 8

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全11頁)

(21)出願番号 特願2000-132880(P2000-132880)

(22)出願日 平成12年4月27日 (2000.4.27)

(71)出願人 000004455

日立化成工業株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

(72)発明者 松谷 寛

茨城県つくば市和台48 日立化成工業株式会社総合研究所内

(72)発明者 佐藤 和也

茨城県つくば市和台48 日立化成工業株式会社総合研究所内

(72)発明者 加藤木 茂樹

茨城県つくば市和台48 日立化成工業株式会社総合研究所内

最終頁に続く

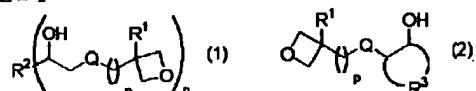
(54)【発明の名称】 水酸基含有オキセタン化合物

(57)【要約】

【課題】 速い硬化性と密着性に優れ、低粘度の樹脂組成物を与えることのできる分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物を提供する。

【解決手段】 一般式(1)または一般式(2)で表される分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物。

【化1】



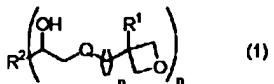
(ここで、Qは酸素または硫黄原子を示し、R¹は水素原子、炭素数1~6のアルキル基、炭素数1~6のパーカーフルオルアルキル基、アリル基を示し、pは0~6の整数を示し、R²はnの値に対応する2~6価の脂肪族系または脂環系有機基を示し、R³はオキセタニル基を有し、環を形成可能な二価の脂肪族系または脂環系で置換されていてもよい脂肪族系有機基を示し、nは2~6の整数を示す。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】分子中にオキセタニル基を2個以上、水酸基を1個以上有する脂肪族系または脂環系化合物。

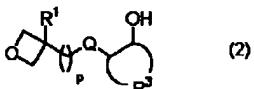
【請求項2】下記一般式(1)または一般式(2)で表される分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物。

【化1】



(ここで、Qは酸素または硫黄原子を示し、R¹は水素原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のパーカルオルアルキル基、アリル基を示し、pは0～6の整数を示し、R²はnの値に対応する2～6価の脂肪族系または脂環系有機基を示し、nは2～6の整数を示す。)

【化2】



(ここで、Qは酸素または硫黄原子を示し、R¹は水素原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のパーカルオルアルキル基、アリル基を示し、R³はオキセタニル基を有し、環を形成可能な二価の脂肪族系または脂環系で置換されていてもよい脂肪族系有機基を示し、pは0～6の整数を表わす。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、開環重合および付*30

*加反応などに有用な、オキセタニル基を有する低粘性の化合物に関するものであり、該オキセタニルを有する化合物を用いた硬化物は、優れた機械的性質（引張強さなど）、電気的性質（電気絶縁性、低誘電率など）、接着性、耐熱性、耐湿性、耐薬品性などを示すものであり、エポキシ樹脂の代替品として、例えば、接着剤組成物、塗料組成物、加熱により硬化する熱硬化型組成物、または紫外線の照射により硬化する紫外線硬化型組成物などへの応用が期待できる。

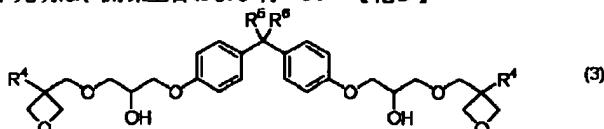
10 【0002】

【従来の技術】4員環の環状エーテル化合物であるオキセタンは、炭素-酸素間の結合が分極していることから高い反応性を示し、ルイス酸などを反応開始剤に用いたオキセタンの開環重合 (S. Inoue and T. Aida, "Ring Opening Polymerization," K. J. Ivin and T. Saegusa, Eds., Elsevier, London, 1984, Vol. 1, pp. 185～298など参照) や、トリアルキルアルミニウム-水反応

20 生成物を触媒として用いたオキシメチルオキセタンのトリメチルシリルエーテルの開環重合 (特開平2-29429号公報参照) などが報告されている。

【0003】また、カチオン重合におけるオキセタンの高い反応性を利用し、光酸発生剤存在下での光カチオン重合が報告されている。例えば、下記一般式(3)に示すオキセタン化合物を用いた活性エネルギー線硬化型組成物は、短時間の光照射により、重合度が高くかつ密着性に優れた硬化物を与える (特開平11-130766号公報参照)。

【化3】



(式中、R⁴はメチル基またはエチル基を示し、R⁵、R⁶は水素原子、ハロゲン原子、メチル基、フェニル基又はトリハロゲノメチル基を示す。)

【0004】一般式(3)に示す化合物を用いた樹脂硬化物は、分子中に水酸基が存在するため密着性に優れている。

【0005】また、最近、光酸発生剤存在下でのオキセタンの光カチオン重合において、アルコール類を添加すると、光硬化反応がより高速に進行する結果が相次いで報告されている (例えば、J. V. Crivello 他, J. Radiat. Curing, 13, 3 (1986)、特開平11-228610号公報参照)。アルコール類の水酸基が連鎖移動反応に関与しているため、このような現象が起こると説明されている (Chemistry & Technology of UV&EB *50

※Formulation for Coatings, Inks & Pigments, Ed. by K. Dietliker, SITA Technology Ltd, London, 1991, pp. 352-358 参照)。一般式(3)に示す化合物は分子中に水酸基を有しているため、光酸発生剤存在下でオキセタン化合物の光カチオン重合が同様に高速で進行すると期待できる。

【0006】しかしながら、一般式(3)に示す化合物は分子中に剛直な芳香環を有しているため、粘度が高く取り扱いが困難であるという問題がある。また、近年環境への配慮から無溶媒プロセスが盛んに取り上げられており、一般式(3)に示す化合物では、ベースポリマーとの相溶性の悪さからこの要求を満足することはできないという問題点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、速い硬化性と密着性に優れ、低粘度の樹脂組成物を与えることのできる分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物を提供するものである。

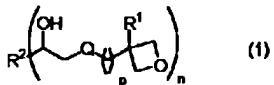
【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討した結果、分子中にオキセタニル基を2個以上、水酸基を1個以上有する脂肪族化合物は常温で液体であり、また、水酸基による連鎖移動反応を伴いながら光硬化反応がより高速に進行することを見出した。さらに、分子中の水酸基により、密着性に優れた硬化物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】すなわち、本発明は、分子中にオキセタニル基を2個以上、水酸基を1個以上有する脂肪族系または脂環系化合物に関する。

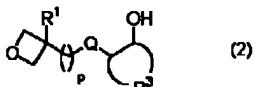
【0010】また、本発明は、下記一般式(1)または一般式(2)で表される分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物に関する。

【化4】



(ここで、Qは酸素または硫黄原子を示し、R¹は水素原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のパーカルオルアルキル基、アリル基などを示し、pは0～6の整数を示し、R²はnの値に対応する2～6価の脂肪族系または脂環系有機基を示し、nは2～6の整数を示す。)

【化5】



(ここで、Qは酸素または硫黄原子を示し、R¹は水素原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のパーカルオルアルキル基、アリル基などを示し、R³はオキセタニル基を有し、環を形成可能な二価の脂肪族系または脂環系で置換されていてもよい脂肪族系有機基を示し、pは0～6の整数を表わす。)

【0011】

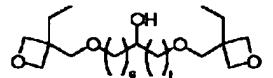
【発明の実施の形態】本発明の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物は、分子中にオキセタニル基と水酸基を有しているならば、いかなる脂肪族系あるいは脂環系化合物でもかまわない。そのなかで、1分子中にオキセタニル基を2～6個有し、かつ水酸基を1～6個有するものは、硬化性に優れており好ましい。オキセタニル基を1分子中に1個有するものは硬化物の強度が低いので好ましくない。1分子中のオキセタニル基が6個を超えると重合物の架橋密度が高すぎるため取り扱いにくく、また分子内反応も併発する

10

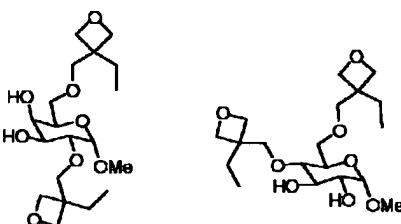
ため好ましくない。また、1分子中の水酸基が6個を超えると、硬化物の親水性が強くなり、吸湿性の問題が出てくるので好ましくない。本発明の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物として以下の化合物が好ましい例として挙げられる。

【0012】

【化6】

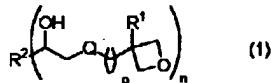


a, bはそれぞれ独立に1から20の整数



20 20 【0013】また、本発明の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物のうち、下記一般式(1)で表される化合物は、合成が容易であるため好ましい。

【化7】



20 20 【0014】一般式(1)中Qは酸素または硫黄原子を示すが、合成の容易さから酸素原子が好ましい。また、式中pは0～6までの整数を示すが、入手の容易さから30 p=1が好ましい。

30 30 【0015】一般式(1)中R¹としては水素原子、未置換または脂肪族系または脂環系有機基で置換されたメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、シクロプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、シクロブチル基、ベンチル基、シクロベンチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基などの炭素数1から6までのアルキル基、トリフルオロメチル基、ペンタフルオロエチル基、パーカルオロプロピル基、パーカルオロイソプロピル基、パーカルオロブチル基、2-(パーカルオロブチル)エチル基、パーカルオロヘキシル基などの炭素数1から6までのパーカルオロアルキル基などが挙げられる。これらの中で、R¹として水素原子、メチル基、エチル基のものはオキセタン含有率が高く、好ましい。

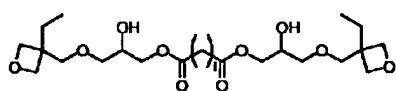
40 40 【0016】一般式(1)中R²は2～6の整数nの値に対応する2～6価の脂肪族系または脂環系有機基であれば、特に制限はない。具体的にはn=2の場合、R²としては二価の脂肪族系または脂環系有機基である。そのような分子中にオキセタニル基と水酸基を有するn=50 50 2の脂肪族系または脂環系化合物として、例えば以下の

6

化合物などが挙げられる。

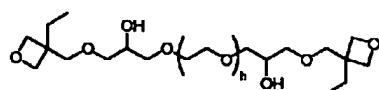


1は0から20の數

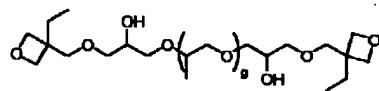


jは2から20の整数

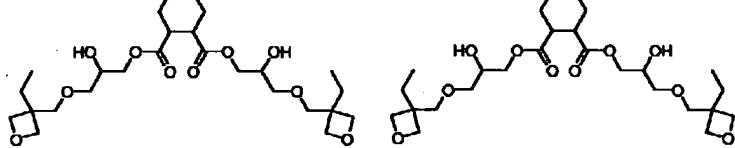
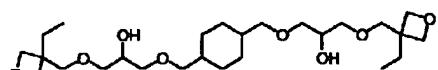
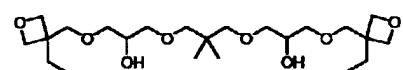
1900から2000の算数



180から20の算数



「は0から20の整数

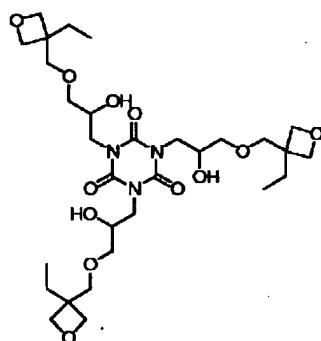
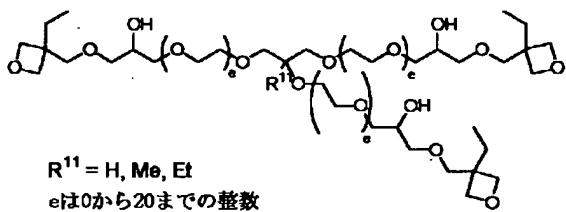
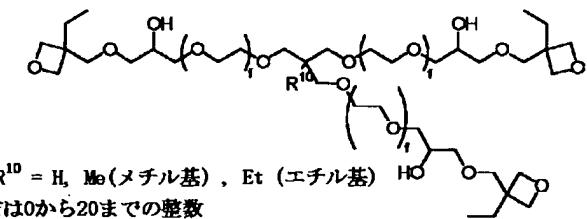


【0017】 $n=3$ の場合、 R^2 としては三価の脂肪族 ※物が挙げられる。

系または脂環系有機基である。そのような分子中にオキ 30 【化9】

セタニル基と水酸基を有する化合物として、以下の化合※

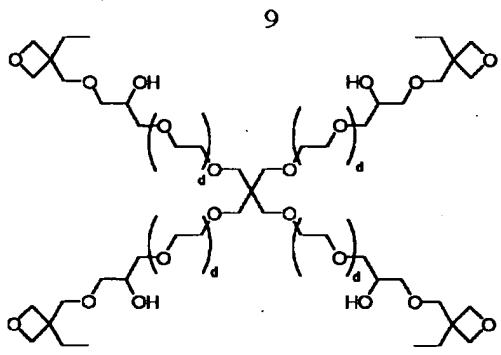
7



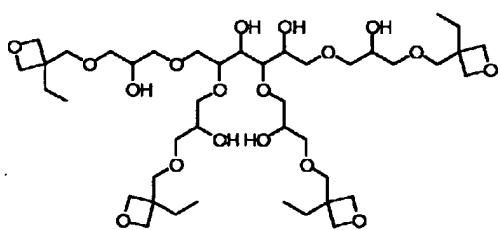
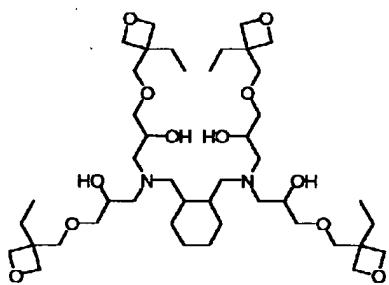
【0018】 $n=4$ の場合、 R^2 としては四価の脂肪族系または脂環系有機基である。そのような分子中にオキセタニル基と水酸基を有する化合物として、以下の化合物が挙げられる。

30

【化10】

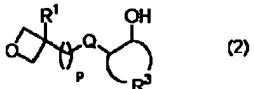


dは10から20までの整数



【0019】また、本発明の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物として、下記一般式(2)で表される脂環系化合物も挙げられる。

【化11】



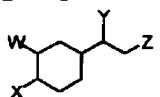
【0020】一般式(2)中Qは酸素または硫黄原子を示すが、合成の容易さから酸素原子が好ましい。また、式中pは0~6までの整数を示すが、入手の容易さからp=1が好ましい。

【0021】また、一般式(2)中R1としては水素原子、未置換または脂肪族系または脂環系有機基で置換されたメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、シクロプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、シクロブチル基、ペンチル基、シクロペンチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基などの炭素数1から6までのアルキル基、トリフルオロメチル基、ペンタフルオロエチル基、パーフルオロプロピル基、パーフルオロイソプロピル基、パーフ

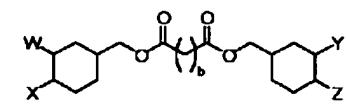
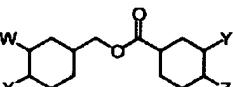
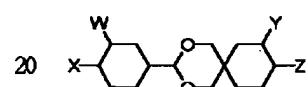
ルオロブチル基、2-(パーフルオロブチル)エチル基、パーフルオロヘキシル基などの炭素数1から6までのパーフルオロアルキル基などが挙げられる。これらの中で、R1として水素原子、メチル基、エチル基のものはオキセタン含有率が高く、好ましい。R3はオキセタニル基を有し、環を形成可能な二価の脂肪族系または脂環系で置換されていてもよい脂肪族系有機基であれば、特に制限はない。

【0022】一般式(2)の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂環系化合物は、あらかじめ分子内架橋構造を持っているため、強韌な硬化物を与える点で好ましい。具体的な例として以下の化合物が挙げられる。

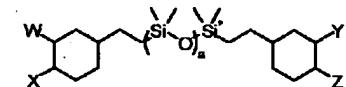
【化12】



c, c'はそれぞれ独立に0から6の整数



bは0から20の整数



aは1から20の整数

ここで、W, Xは水酸基と(3-エチルオキセタン-3-イル)メトキシ基の組み合わせを示し、Y, Zは水酸基と(3-エチルオキセタン-3-イル)メトキシ基の組み合わせを示す。

【0023】本発明の分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物は、多価アルコールに反応後水酸基が残るように等量を調整した(3-エチルオキセタン-3-イル)メチルトシラートを塩基の存在中で作用させることにより製造できる。

【0024】または、多価アルコールの水酸基の一部を保護し、残りの水酸基と(3-エチルオキセタン-3-イル)メチルトシラートを塩基の存在中で反応させた後、脱保護することにより製造できる。

【0025】また、本発明の一般式(1)または(2)に示す分子中にオキセタニル基と水酸基を有する脂肪族系または脂環系化合物については、塩基の存在下、ヒドロキシメチルオキセタンを脂肪族系または脂環系オキシラン化合物に作用させることによっても製造することができる。

【0026】本発明の化合物の合成で用いられるヒドロ

11

キシメチルオキセタンは、文献記載の方法により容易に合成できる (J. Am. Chem. Soc., 79, 3455-3456 (1957参照))。また、(3-エチルオキセタン-3-イル)メチルトシラートはヒドロキシメチルオキセタンの水酸基を既知の方法でトシリ化することによって容易に得られる。

【0027】本発明の化合物の合成で用いられる塩基としては、塩基として働く化合物であればいかなる化合物も用いることができる。本発明の化合物の合成で用いられる塩基の具体例は、ビリジン、ジアルキルアミン、トリアルキルアミン、1, 8-ジアザビシクロ[5. 4. 0]ウンデカ-7-エン、アンモニア水、リチウムジソプロピルアミド、ナトリウムアミド等のアミン系塩基、リチウム、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属、水素化リチウム、水素化ナトリウム、水素化カリウム等の金属水素化物、苛性カリ、苛性ソーダ等の金属水酸化物、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等の炭酸塩、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド等のアルコキシド、メチルリチウム、ブチルリチウム、フェニルリチウム等の有機リチウム化合物、臭化メチルマグネシウム、臭化エチルマグネシウム等のグリニアル反応剤等が挙げられる。反応性が優れている点や副生成物が反応不活性である金属水素化物、有機リチウム化合物、リチウムジソプロピルアミド、グリニアル反応剤がより好ましく、副生成物が水素ガスとして容易に反応系外へ放出される点で、金属水素化物がさらに好ましい。

【0028】本発明に属する個々の具体的な化合物は、赤外吸収スペクトル (IR)、核磁気共鳴スペクトル (NMR)、質量スペクトル (MS)などの手段により確認することができる。

【0029】本発明のオキセタン化合物は、熱硬化性組成物あるいは光硬化性組成物を構成する反応性化合物として応用することができる。また、塗料、接着剤、電気・電子材料、半導体材料、光学材料、光ファイバー、光導波路、単層および多層配線板材料、レジスト、ドライフィルムレジスト等、多種多様な用途に応用することができる。

【0030】

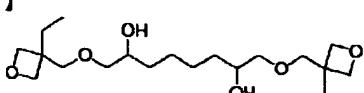
【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

【0031】(実施例1)

1, 8-ビス { (3-エチルオキセタン-3-イル)メトキシ } -2, 7-ジヒドロキシオクタンの合成)

【0032】

【化13】



12

【0033】500m1反応容器を乾燥窒素で置換し、水素化ナトリウム (60%油性) 0.8g (20mmol)、N, N-ジメチルホルムアミド100m1を加え、この懸濁液を0℃に冷却した。そこへ、3-エチル-3-(ヒドロキシメチル)オキセタン2.3g (20mmol) のN, N-ジメチルホルムアミド50m1溶液をゆっくりと加えた後、反応混合物を0℃で30分間かく拌した。その後、1, 2, 7, 8-ジエボキシオクタン1.4g (10mmol) のN, N-ジメチルホルムアミド50m1溶液を滴下し、反応液を30℃に昇温しながら乾燥窒素気流下6時間搅拌した。反応液を水中に投じ、クロロホルムで抽出した。抽出液は無水硫酸ナトリウム上で乾燥し、濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーによって精製し、1, 8-ビス { (3-エチルオキセタン-3-イル)メトキシ } -2, 7-ジヒドロキシオクタン2.3gを得た (収率60%)。

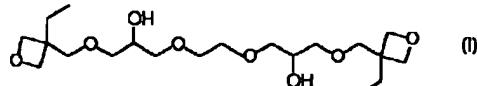
【0034】得られた1, 8-ビス { (3-エチルオキセタン-3-イル)メトキシ } -2, 7-ジヒドロキシオクタンは室温で液体であり、ベースポリマー (たとえばメタクリル酸-メタクリル酸メチルースチレン共重合物)との相溶性にも優れている。

【0035】(実施例2)

(3, 3, 18, 18-ビス (3-オキサシクロブチリデン)-7, 14-ジヒドロキシ-5, 9, 12, 16-テトラオキサイコサン (I) の合成)

【0036】

【化14】



【0037】500m1反応容器を乾燥窒素で置換し、水素化ナトリウム (60%油性) 0.88g (22mmol)、N, N-ジメチルホルムアミド100m1を加え、この懸濁液を0℃に冷却した。そこへ、3-エチル-3-(ヒドロキシメチル)オキセタン2.6g (22mmol) のN, N-ジメチルホルムアミド50m1溶液をゆっくりと加えた後、反応混合物を0℃で30分間搅拌した。その後、エチレングリコールジグリシルエーテル1.7g (10mmol) のN, N-ジメチルホルムアミド50m1溶液を滴下し、反応液を40℃に昇温しながら乾燥窒素気流下6時間搅拌した。反応液を水中に投じ、クロロホルムで抽出した。抽出液は無水硫酸ナトリウム上で乾燥し、濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーによって精製し、3, 3, 18, 18-ビス (3-オキサシクロブチリデン)-7, 14-ジヒドロキシ-5, 9, 12, 16-テトラオキサイコサン (I) 2.8gを得た (収率70%)。

50 【0038】得られた3, 3, 18, 18-ビス (3-

13

オキサシクロブチリデン) - 7, 14-ジヒドロキシ-5, 9, 12, 16-テトラオキサイコサン(1)は室温で液体であり、ベースポリマー(たとえばメタクリル酸-メタクリル酸メチルースチレン共重合物)との相溶性にも優れている。得られた化合物の赤外線吸収スペクトルを図1に、NMRスペクトルを図2に、 ^{13}C NMRスペクトルを図3にそれぞれ示した。図1の(a)で示す部分にOH伸縮振動に基づく吸収、(b)で示す部分にオキセタン環のC-O-C変角振動に基づく吸収が観察された。また、図2、3に示したNMRスペクトルにおいて、図中に示す化合物の位置に対応した位置にスペクトルが見られ、上記の化合物であると同定される。

【0039】

【発明の効果】本発明の水酸基含有オキセタン化合物で

14

ある分子中にオキセタニル基を2個以上、水酸基を1個以上有する脂肪族化合物は常温で液体であり、また、水酸基による連鎖移動反応を伴いながら光硬化反応がより高速に進行し、速い硬化性と密着性に優れ、低粘度の樹脂組成物を与えることができる。さらに、分子中の水酸基により、密着性に優れた硬化物を与える。

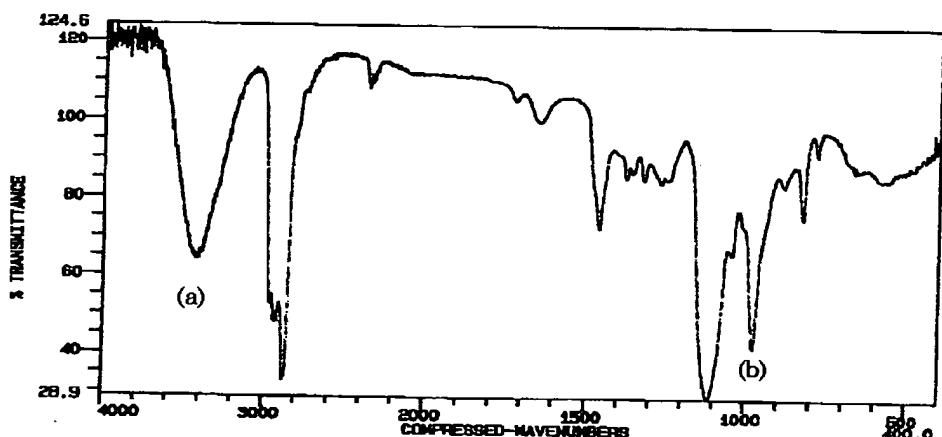
【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例2で得られた化合物の赤外線吸収スペクトル。

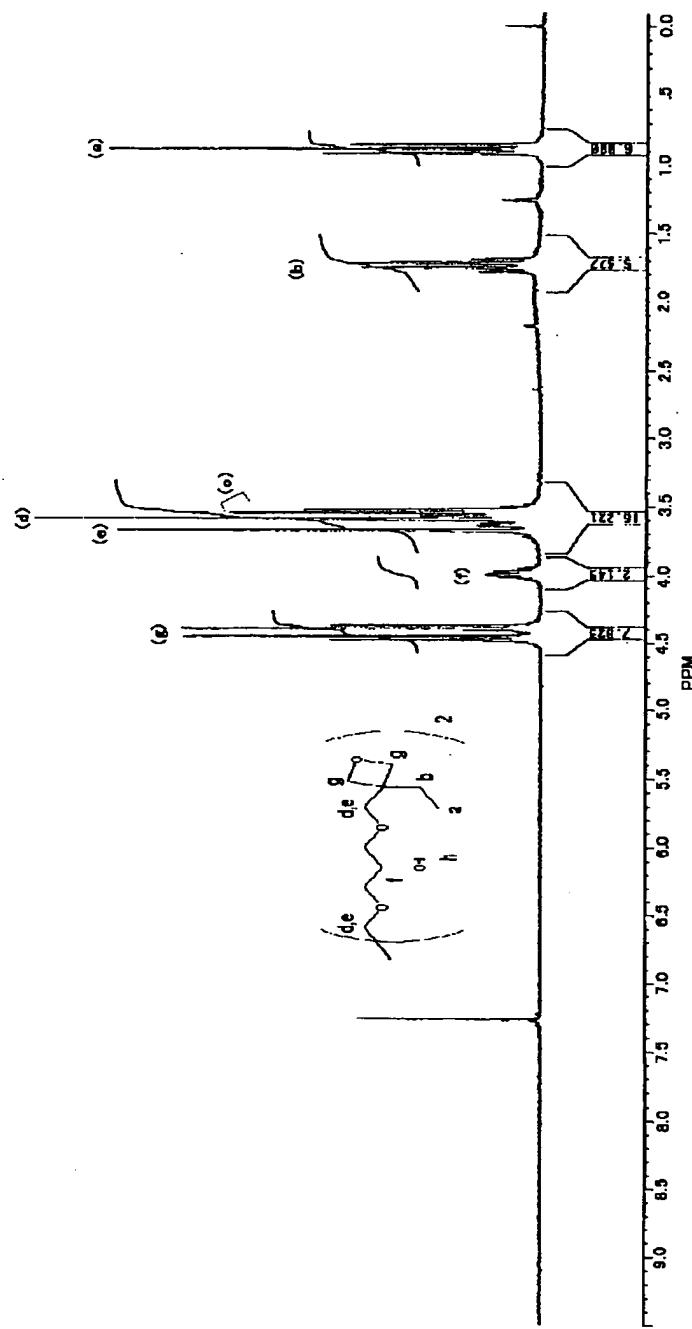
10 【図2】 実施例2で得られた化合物のNMRスペクトル。

【図3】 実施例2で得られた化合物の ^{13}C NMRスペクトル。

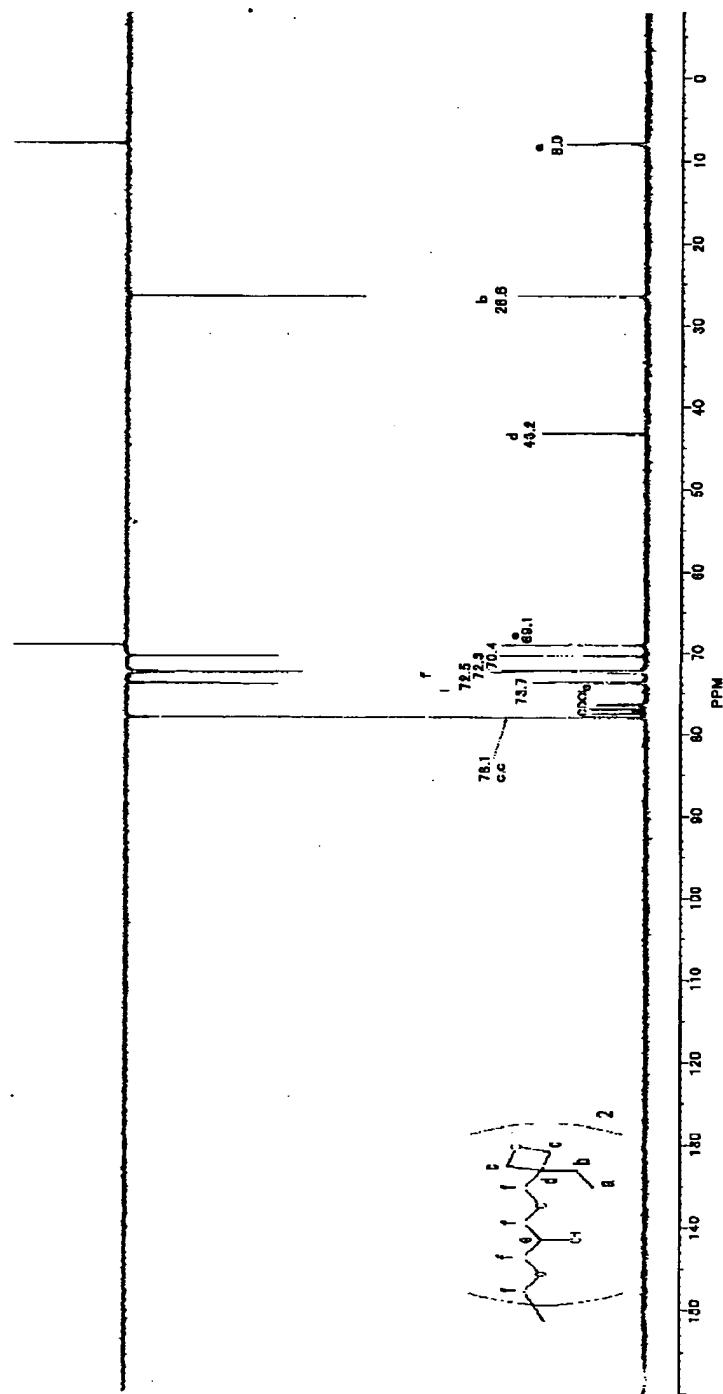
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 西山 信乃 F ターム(参考) 4C048 TT02 UU03 XX04
茨城県つくば市和台48 日立化成工業株式
会社総合研究所内